

POWERED BY **Dialog**

Joining metal or ceramic workpieces by boundary surface diffusion - involves abutting the surfaces, plasma coating the junction region and diffusion welding in hot isostatic press

Patent Assignee: FORSCHUNGSZENT JUELICH GMBH

Inventors: BUCKREIMER H D; HECKER R; STOVER D; BUCHKREMER H; STOEVEER D

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
DE 3915702	A	19901115	DE 3915702	A	19890513	199047	B
EP 398134	A	19901122	EP 90108690	A	19900509	199047	
JP 3016968	A	19910124	JP 90120199	A	19900511	199110	
US 5009359	A	19910423	US 90521091	A	19900509	199120	
DE 3915702	C	19921029	DE 3915702	A	19890513	199244	
EP 398134	B1	19930224	EP 90108690	A	19900509	199308	
DE 59000910	G	19930401	DE 500910	A	19900509	199314	
			EP 90108690	A	19900509		

Priority Applications (Number Kind Date): DE 3915702 A (19890513)

Cited Patents: 1. journal ref.; DE 2824369; EP 129402 ; EP 90762

Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
EP 398134	A				
Designated States (Regional): AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE					
DE 3915702	C		5	C04B-037/02	
EP 398134	B1	G	6	B23K-020/02	
Designated States (Regional): AT BE CH DE FR GB LI SE					
DE 59000910	G			B23K-020/02	Based on patent EP 398134

Abstract:

DE 3915702 A

Process for joining workpieces (1,2) made of metal or ceramic material involves boundary surface diffusion between the workpieces at the junction point. Following abutting of the workpiece surfaces (3,4) to be joined, the outer regions of the junction point (5) are coated with a layer (6) made of a material which is compatible with the workpiece and is mechanically stable during the subsequent hot isostatic pressing (HIP). The workpieces are finally diffusion welded by the isostatic press. The coating layer is applied by plasma spraying (7). Prior to the HIP stage, the layer is sintered under low pressure.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

ADVANTAGE - The diffusion welding process is independent of the shape of the surfaces to be joined, and of the shape of the workpieces for different workpiece pairings. (5pp Dwg.No.1/1)

DE 3915702 C

Diffusion welding metal and/or ceramic workpieces, includes using a hot isostatic pressing technique, and barrier surface diffusion between the work pieces. The surfaces to be joined are located together and fixed. They are then hot isostatically pressed to form a gas tight seal. The surfaces have their outer edges plasma sprayed. The plasma sprayed layer is compatible with the materials of the workpieces. ADVANTAGE - The process enables a diffusion joint to be achieved which is not affected by foreign material.

(Dwg.1/1)

EP 398134 B

Method for the connecting of workpieces (1, 2) made of metal and/or ceramics by using hot isostatic pressing (HIP) and interface diffusion between the materials of the workpieces at their joint region (5), wherein those surfaces (3, 4) of the workpieces (1, 2) which are to be connected to one another are laid against one another and are fixed in this position, and wherein the joint region (5) is closed in gas-tight manner at the subsequent hot isostatic pressing operation, characterised in that the fixing of the placed-together surfaces (3, 4) is effected by plasma spray coating of the outer edge of the joint region (5) with a coating (6) which is compatible with the materials of the workpiece (1, 2) and which is mechanically stable up to the pressure to be applied at hot isostatic pressing, and seals the joint region (5) in gas-tight manner during the hot isostatic pressing.

(Dwg.1/1)

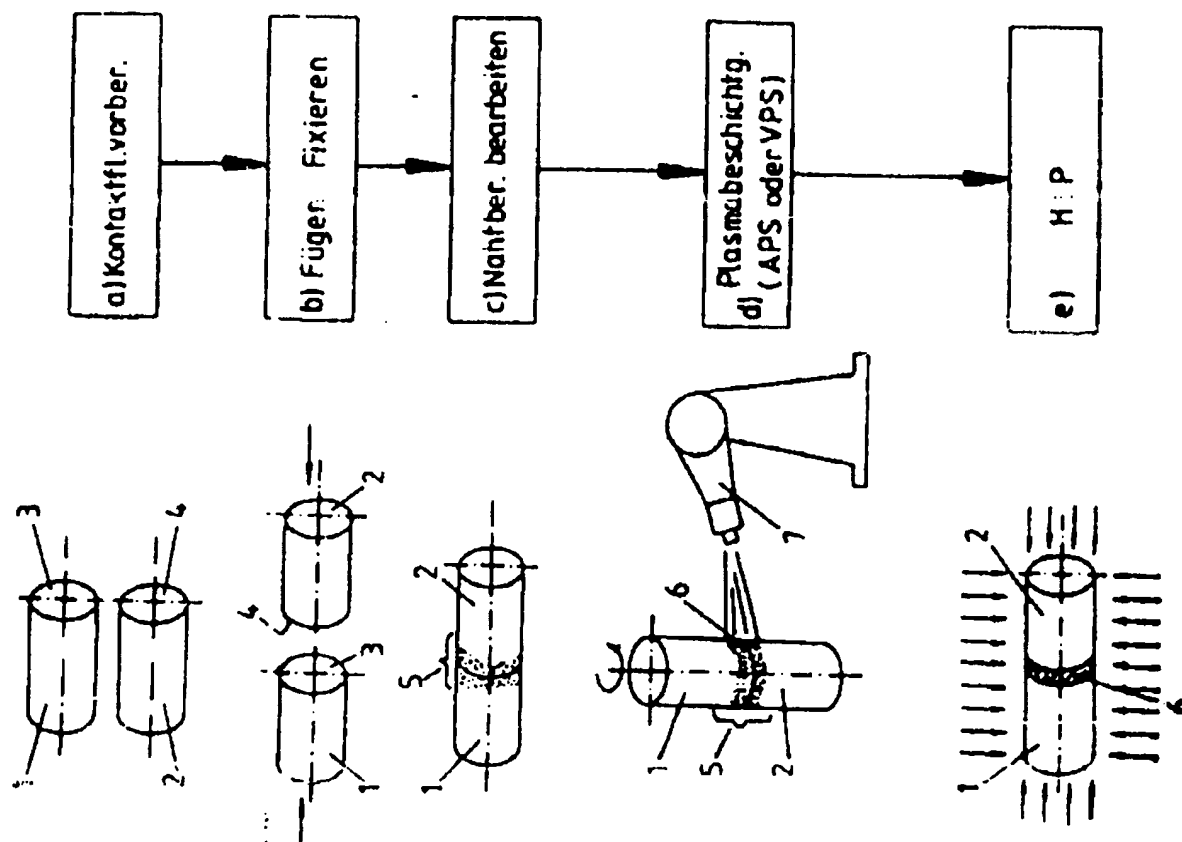
US 5009359 A

Workpieces of metal or ceramic, or one of metal and other of ceramic, are joined by process in which joint surfaces are prepd. by grinding, etching etc. and brought together and parts are fixed together by plasma spraying compatible coating around joint region, while parts are clamped together.

Coating, e.g. 100-700 mm. thick, is sintered at low pressure and mechanical force is then applied until hot isostatic pressing is produced. Joint location is sealed gas-tight and joint is diffusion welded. ADVANTAGE - Joining is independent of shape of surface to be joined.

(5pp)

THIS PAGE BLANK (USPTO)



Derwent World Patents Index

© 2004 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 8462531

THIS PAGE BLANK (USPTO)



zu P 16055

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Patentschrift
⑩ DE 39 15 702 C 2

⑳ Aktenzeichen: P 39 15 702.4-45
㉑ Anmeldetag: 13. 5. 89
㉒ Offenlegungstag: 15. 11. 90
㉓ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 29. 10. 92

㉔ Int. Cl.⁵:
C 04 B 37/02
C 04 B 37/00
B 23 K 20/14
C 23 C 4/06
B 32 B 31/00
B 32 B 18/00
B 32 B 15/00

DE 39 15 702 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉕ Patentinhaber:
Forschungszentrum Jülich GmbH, 5170 Jülich, DE

㉖ Erfinder:
Stöver, Detlev, Dr., 5162 Niederzier, DE;
Buchkremer, Hans-Peter, 5138 Heinsberg, DE;
Hecker, Rudolf, Prof., 5170 Jülich, DE

㉗ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:
DE-OS 36 07 699
DE-OS 30 06 103
EP 01 67 492
EP 00 90 762
US-Z.: J. Am. Ceram. Soc. 68, 6, C-151-C-153, 1985;

㉘ Verfahren zum Diffusionsverschweißen von Werkstücken

DE 39 15 702 C 2

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Diffusionsverschweißen von Werkstücken, wie es im Oberbegriff des Patentanspruches 1 angegeben ist.

Das Diffusionsverschweißen von Werkstücken ist bekannt. Die Fügestellen der Werkstücke werden unter Druck und hoher Temperatur miteinander verbunden. Es kommt darauf an, Druck und Temperatur so einzustellen, daß die Werkstoffkomponenten des Werkstoffs zumindest eines der miteinander zu verbindenden Werkstückteile an der Verbindungsfläche in den Werkstoff des anderen Werkstückteils diffundieren, ggf. mit den Werkstoffkomponenten des anderen Werkstückteils chemisch reagieren, z.B. bei Metallen durch Ausbildung von Legierungen oder intermetallischen Phasen, bei Verbindung von keramischen Werkstoffteilen oder bei Verbindung von Metallen mit Keramik durch Oxid-, Nitrid-, Karbidbildung oder Diffusion. Durch Diffusionsverschweißen wird ein homogenes Gefüge an der Verbindungsstelle mit hoher Warmfestigkeit erreicht. Dabei ist dafür Sorge zu tragen, daß die zu verbindenden Fügestellen während des Schweißvorganges frei von Fremdstoffen gehalten werden, damit nicht unerwünschte Verbindungen oder Einschlüsse entstehen, die die Homogenität der Verbindungsstelle und damit ihre Festigkeit beeinträchtigen.

Es ist bekannt, ebene Flächen insbesondere durch Anwenden einachsigen Preßdrucks miteinander zu verbinden. Bei ebenen Flächen ist das Aufbringen gleichmäßigen Druckes bei entsprechender Führung der zu verbindenden Werkstückteile mit ausreichender Genauigkeit erreichbar. Bei komplizierten Werkstückformen ist das Einspannen der Werkstückteile an den Preßstempeln der Diffusionsschweißapparate und die Druckübertragung auf die Verbindungsflächen in vielen Fällen nur mit großem Aufwand erreichbar. Die maximal zu verbindende Flächengröße hängt dabei von der maximal aufbringbaren Kraft an der Fügestelle ab.

Bekannt ist es auch, die Fügestelle mit einer Schicht zu versehen und durch heißisostatisches Pressen (HIP) diffusionszuverschweißen, vgl. z. B. DE-OS 36 07 699. In EP-OS 01 67 492 wird ein Verfahren beschrieben, bei dem die mittels HIP miteinander zu verbindenden Werkstücke zunächst durch Stickstoff-Kühlung in ihrer Stellung fixiert werden. Es wird an der Fügestelle ein Lötmedium und ein dem metallischen Werkstoff der Werkstücke entsprechendes Metallpulver aufgebracht. Das Metallpulver wird dann seinerseits mit Glaspulver bzw. einer porösen Glasschicht überdeckt, die durch Aufheizen gasdicht wird. Die Metallpulverschicht soll das Eindringen des Glases beim nachfolgenden HIP-Schritt verhindern, die Fügestelle läßt sich jedoch vor eindringendem Fremdmaterial nicht vollständig schützen, da das auf dem Lot aufgebrachte Metallpulver meist schon vor Erreichen der HIP-Temperatur schmilzt und die Fugen füllt.

Aufgabe der Erfindung ist es, einen durch Fremdmaterial ungestörten Diffusionsverbund zu erreichen.

Diese Aufgabe wird gemäß der Erfindung bei einem Verfahren der eingangs genannten Art durch die im Patentanspruch 1 angegebenen Maßnahmen gelöst. Danach werden die miteinander zu verbindenden Werkstückteile an ihren miteinander zu verbindenden, aneinandergelegten und fixierten Flächen am äußeren Rande der Fügestelle durch Plasmaspritzen beschichtet. Es wird also die von außen sichtbare Naht zwischen den Werkstückteilen mit einer Schicht bedeckt. Das Schicht-

material ist kompatibel mit den Werkstoffen der Werkstücke, die Werkstoffe werden vom Material der Schicht weder chemisch angegriffen noch in ihrer physikalischen Qualität verändert. Das Schichtmaterial wird so gewählt, daß es — ggf. auch aufgrund einer Nachbehandlung nach dem Aufbringen der Schicht — bis zur für die Herstellung der Verbindung notwendigen Druckbelastung stabil bleibt. Mit der Schicht wird die Fügestelle an ihrer Naht versiegelt. Erst im Anschluß daran werden die zusammengefügte Werkstückteile durch heißisostatisches Pressen (HIP) diffusionsverschweißt.

Beim Auftragen der Schicht mittels eines Plasma-brenners, insbesondere mittels einer Plasmaspritzpistole, dient durch die Brennerdüse strömendes, stark erhitztes Gas als Fördermittel und Träger von Metall- oder Keramikpulver, das nach Aufschmelzen im Gas und Erstarren auf der Oberfläche der Werkstückteile an der Nahtstelle die gewünschte Schicht bildet, die an der Fügestelle die noch unverbundenen Werkstückteile fixiert. Durch Plasmaspritzen lassen sich hohe Materialdichten in der Schicht, also geringe Porositäten und hohe Gasdichtigkeiten für Argon, Stickstoff oder andere Gasatmosphären, erreichen, die beim HIP-Verfahren im Arbeitsraum eingesetzt sind. Es läßt sich das atmosphärische Plasmaspritzen (APS), aber auch das Vakuumplasmaspritzen (VPS) anwenden, um innerhalb der Schicht zwischen den verspritzten Pulverteilchen, aber auch zwischen Schicht und Wandoberfläche der zu verbindenden Werkstückteile einen innigen Diffusionsverbund zu erreichen. Um den Diffusionsverbund in der aufgetragenen Schicht an der Fügestelle zu erhöhen, kann es nach Patentanspruch 2 zweckmäßig sein, vor dem HIP-Schritt die Schicht noch durch Niederdrucksintern zu verdichten.

Als Schichtwerkstoffe eignen sich prinzipiell alle aufschmelzbaren Werkstoffe, so daß im allgemeinen zu jedem zu verbindenden Werkstückpaar auch ein mit den Werkstoffen der Werkstücke kompatibler Schichtwerkstoff gewählt werden kann. So ist z. B. für oxiddispersionsgehärtete Legierungen (ODS-Legierungen) auf Fe-Basis ein FeCrAl-Pulver oder Ni-Basis-ODS-Legierungen ein NiCrAl-Pulver einsetzbar. Für hochwarmfeste Legierungen, wie beispielsweise unter der Bezeichnung Hastelloy X bekannte Legierungen, ist ein Ni-FeCr-Pulver zweckmäßig. Bei keramischen Werkstückteilen wird zur Ausbildung der Schicht bevorzugt die gleiche Keramik verwendet, wie sie die Werkstücke aufweisen, also bei Werkstückteilen aus Al_2O_3 ein Al_2O_3 -Pulver. Die an der Fügestelle aufgetragene Schicht ist aus einem Werkstoff auszubilden, der insbesondere hinsichtlich seines Temperatúrausdehnungskoeffizienten mit dem Werkstoff der Werkstückteile kompatibel ist. Notwendig ist auch eine ausreichende mechanische Stabilität der Schicht, um dem beim HIP-Verfahren aufzubringenden Gasdruck bis zu 400 MPa bei hoher HIP-Temperatur standzuhalten. Die mechanische Stabilität der Schicht muß so groß sein, daß der Diffusionsverbund an der Fügestelle beim heißisostatischen Pressen herbeigeführt ist, ehe der Werkstoff der Schicht durch Fließvorgänge in die Fugen an der Nahtstelle eindringen kann und den gewünschten Diffusionsverbund zwischen den Werkstückteilen stört.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert. In der Zeichnung ist schematisch der Verfahrensablauf in einzelnen Verfahrensschritten anhand eines Fließbildes wiedergegeben.

In der Zeichnung ist ein Verfahren zum Diffusions-

verschweißen von zwei Werkstückteilen 1 und 2 schematisch wiedergegeben. In einem ersten Verfahrensschritt a werden zunächst miteinander zu verbindende Flächen 3, 4 der Werkstückteile 1, 2 entsprechend präpariert, beispielsweise durch Schleifen, Polieren, Entfetten, Ätzen. Die Werkstückteile 1, 2 werden anschließend an der Fugestelle zusammengesetzt und in dieser Stellung fixiert, Verfahrensschritt b. Die Werkstückteile sind zur Bearbeitung rotierbar angeordnet. Im dritten Verfahrensschritt c wird ein ausreichender äußerer Nahtbereich 5 an der Fugestelle zum Beschichten mit einer mit den Werkstoffen der Werkstücke kompatiblen Schicht 6 vorbereitet. Im Ausführungsbeispiel wird der Nahtbereich 5 vor seiner Beschichtung sandgestrahlt.

Die Schicht 6 wird auf den Nahtbereich 5 mit Verfahrensschritt d aufgebracht. Im Ausführungsbeispiel ist es vorgesehen, den Nahtbereich 5 durch Plasmaspritzen mit einer Plasmaspritzspistole 7 zu beschichten. Die Werkstückteile 1 und 2 drehen sich beim Auftragen der Schicht 6 unter dem Plasmastrahl derart mehrmals hindurch, daß sich eine Materialschicht in einer Dicke zwischen 100 bis 700 µm ausbildet. Die mit der Schicht 6 an ihrer Fugestelle überzogenen Werkstückteile werden dann anschließend in einer HIP-Anlage heißisostatisch diffusionsverschweißt, Verfahrensschritt e.

Durch Anwenden dieses Verfahrens wurden die nachfolgend beschriebenen Verbindungen hergestellt:

Ausführungsbeispiel 1

Es wurde eine Metall/Metall-Verbindung hergestellt. Die zu verbindenden Werkstückteile bestanden beide aus einer ODS-Legierung. Die miteinander zu verbindenden Flächen wurden vor dem Zusammensetzen der Werkstückteile geschliffen und entfettet. Die Werkstückteile wurden drehbar befestigt und im Nahtbereich an der Fugestelle zunächst sandgestrahlt. Der Nahtbereich wurde durch Plasmaspritzen beschichtet. Im Ausführungsbeispiel wurde die Schicht durch Vakuumplasmaspritzen (VPS) aufgebracht. Als Plasmagas wurde ein Argon/Wasserstoffgemisch verwendet. Der Nahtbereich wurde mit einer FeCr-Schicht versiegelt. Der Spritzdruck war auf $p = 50$ bis 60 mbar eingestellt, die Schicht wurde mit der Plasmaspritzspistole aus einem Abstand $l = 270$ bis 280 mm aufgebracht. Die aufgebraute Schicht wies eine Dicke $d = 200$ µm auf. Die Schicht war gasdicht, die Helium-Leckrate betrug $< 10^{-9}$ mbar · l/s.

Zum Diffusionsverschweißen wurde das durch Beschichtung fixierte und nun einfach handhabbare Werkstück in einer HIP-Anlage heißisostatisch verpreßt. Die Temperatur in der HIP-Anlage betrug $T = \text{ca. } 1100^\circ\text{C}$, der Druck P betrug $P = 150$ MPa und die Behandlungsdauer $t = 1$ bis 3 h.

Bei Prüfung der hergestellten Werkstückverbindung im Zugversuch wurde bei Raumtemperatur eine Bruchfestigkeit von 500 MPa erreicht. Dies entsprach einer Festigkeit von 80% der Festigkeit der ODS-Legierung, aus der die Werkstückteile gefertigt waren.

Ausführungsbeispiel 2

Es wurde eine Metall/Keramik-Verbindung hergestellt, ein Werkstückteil bestand aus Si_3Ni_4 , das andere aus Hastelloy X. Die mit dem Werkstückteil aus Keramik zu verbindende Metallfläche wurde poliert, die Keramikfläche feingeschliffen. Der Nahtbereich an der Fugestelle wurde in gleicher Weise wie im Ausführungs-

beispiel 1 durch Plasmaspritzen beschichtet, als Schichtwerkstoff wurde eine NiCr-Legierung verwendet. Die Daten beim Plasmaspritzen entsprachen dem Ausführungsbeispiel 1. Es wurde eine Schicht in einer Dicke von $d = 400$ µm aufgebracht. Die Schicht wies eine Helium-Leckrate $< 10^{-9}$ mbar · l/s auf.

Zum Diffusionsverschweißen der Fugestelle wurde in der HIP-Anlage eine Temperatur $T \leq 1200^\circ\text{C}$ und ein Druck $P = 200$ MPa eingestellt. Die Behandlungsdauer t betrug $t \leq 1$ h.

Ausführungsbeispiel 3

Es wurde eine Keramik/Keramik-Verbindung hergestellt. Die Werkstückteile bestanden beide aus Si_3N_4 . Die zu verbindenden Flächen der Werkstückteile waren feingeschliffen.

Der Nahtbereich wurde durch Vakuumplasmaspritzen (VPS) beschichtet. Als Schichtmaterial diente Silicium (Si). Vor dem heißisostatischen Pressen wurde die Si-Schicht in Stickstoffatmosphäre gesintert und in Si_3N_4 umgewandelt. Nach dem Sinterungs- und Umwandlungsprozeß war die Schicht an der Fugestelle im Nahtbereich gasdicht.

Das Diffusionsverschweißen der Werkstückteile erfolgte in der HIP-Apparatur bei $T = 1900^\circ\text{C}$ und $P = 200$ MPa in Stickstoffatmosphäre. Die Behandlungsdauer t betrug $t = 2$ bis 3 h.

Zur Ermittlung der Festigkeit der Verbindung wurde die Vier-Punkt-Biegebruchfestigkeit (Biegebelastung mit zwei Auflagern und zwei Belastungspunkten zwischen den Auflagern mit einer Probenabmessung Probenbreite $b = 4,5$ mm, Probenhöhe $h = 3,5$ mm, Probenlänge $l = 50$ mm und einem Abstand der äußeren zwei Auflager von $L_a = 40$ mm, und einem Abstand der inneren zwei Belastungspunkte von $L_i = 20$ mm, woraus sich eine Biegebelastung mit einer Biegearmlänge von $L = 10$ mm ergibt) für die miteinander verbundenen keramischen Werkstückteile bestimmt. Bei Raumtemperatur wurde eine Vier-Punkt-Biegebruchfestigkeit von 750 MPa erreicht. Dieser Wert lag innerhalb der Streubreite der Vier-Punkt-Biegebruchfestigkeit des Grundwerkstoffes der Werkstückteile.

In den Ausführungsbeispielen konnte die notwendige hohe Dichtigkeit und geringe Porosität der im Nahtbereich aufzutragenden Schicht durch Diffusionsverbund der verspritzten Materialien erreicht werden. Nach ihrem Erstarren erwiesen sich die Schichten auch bei hohen Drücken während des heißisostatischen Pressens für die als HIP-Medium verwendeten Gase, wie z.B. Argon oder Stickstoff, als gasdicht. Im Falle von metallischen Werkstoffen als Beschichtungsmaterial ist der Diffusionsverbund in erster Linie durch Anwenden des Vakuumplasmaspritzens zu erreichen, da dabei Gas-komponenten, wie Sauerstoff, Stickstoff, Kohlenoxide und Wasserstoff, ferngehalten werden können. Um einen ungestörten Diffusionsverbund bei Metallen zu erreichen, muß die Bildung beispielsweise von oxidischen, karbidischen oder nitridischen Reaktionsprodukten vermieden werden. Keramische Werkstoffe, wie Al_2O_3 , Cr_2O_3 , ZrO_2 , lassen sich ohne weiteres durch atmosphärisches Plasmaspritzen beschichten. Bei nitridischen Werkstoffen, wie z.B. Si_3N_4 , wird — wie im Ausführungsbeispiel 3 bereits beschrieben — ein reaktives Plasmaspritzen angewandt: Es wird Si in einem Stickstoff enthaltenden Trägergas aufgespritzt, so daß sich während des Beschichtungsprozesses bereits Si_3N_4 bildet. Ein weiteres Aufnitrieren kann dann vor dem HIP-

Prozeß durch Sintern der aufgetragenen Schicht in Stickstoffatmosphäre erfolgen. Auf diese Weise wird die Fugestelle im Nahtbereich mit einer dem Werkstoff der Werkstückteile kompatiblen Schicht gasdicht versiegelt.

Im Ausführungsbeispiel rotieren die zusammenzufügenden Werkstückteile im Bereich des Plasmastrahls der Plasmaspritzpistole. Der Plasmastrahl ist senkrecht auf den Nahtbereich ausgerichtet. Die Naht wird so vollständig vom Schichtmaterial bedeckt, und es wird eine genügende Schichtdicke erreicht. Selbstverständlich ist die Bewegung von Werkstückteilen und Plasmaspritzpistole aber auch in anderer Weise durchführbar, beispielsweise läßt sich beim Verbinden eines Ringes mit einer Welle auch der Bewegungsvorgang des Plasmaspritzbrenners entsprechend anpassen. Lassen sich mit dem erforderlichen Schichtmaterial nur geringere Porositäten erreichen, so läßt sich dies durch eine größere Schichtdicke kompensieren.

Die besonderen Vorteile des Diffusionsverschweißens durch HIP-Verfahren bestehen einmal in der allseitig gleich starken Druckaufbringung, so daß auch nicht ebene und komplizierte Oberflächenstrukturen diffusionsverbindbar sind. Es lassen sich nicht verschweißbare Werkstoffe miteinander verbinden, ein Löten entfällt. Darüber hinaus ist aber auch die Größe der zu verbindenden Oberflächen nur durch das Arbeitsvolumen der HIP-Anlage beschränkt, der Flächendruck stellt insoweit keine Begrenzung dar wie beim einaxialen Heißpressen.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Diffusionsverschweißen von Werkstücken aus Metall und/oder Keramik durch Anwendung heißisostatischen Pressens (HIP) und Grenzflächendiffusion zwischen den Werkstoffen der Werkstücke an ihrer Fugestelle, wobei die miteinander zu verbindenden Flächen der Werkstücke aneinander gelegt und in dieser Stellung fixiert werden und wobei die Fugestelle im Nahtbereich beim nachfolgenden heißisostatischen Pressen gasdicht abgeschlossen wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß die aneinandergelegten Flächen durch Plasmaspritzen des äußeren Randes der Fugestelle mit einer mit den Werkstoffen der Werkstücke kompatiblen Schicht, die bis zum beim heißisostatischen Pressen aufzubringenden Druck mechanisch stabil ist und die Fugestelle beim heißisostatischen Pressen gasdicht versiegelt, beschichtet werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß vor dem HIP-Schritt ein Niederdrucksintern der Schicht durchgeführt wird.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

— Leerseite —

